第 12 圖は本實驗結果の概要を示し、第 13~16 は寫眞の一部である。

(東京工業大學窯業學科) (昭和 9 年 7 月受理)

耐火材料に関する研究 (第 8 報) ※
ゼーゲル錐の使用條件に就て (其 1)
クリプトル抵抗電氣爐に於ける實驗

中 本 實・佐野堯年・齋藤俊太郎

Studies of refractory materials VIII
The conditions of use of pyrometric cones (I)
By M. Nakamoto, T. Sano, T. Saito

Abstract

Investigations were made about the influence of the following conditions on the temperature of end point of SK 10.

- I various methods of cone-placing into "cone pat"
- II differences of the placing-depth of cone
- III differences of heating-rate

I. 緒 言

著者の内中本は昭和 8 年 11 月本協會 40 周年紀念事業完成講演會に於て「耐火材料試驗法に關する二三の考察」なる講演を行ひ其節本邦にて製造さるるゼーゲル錐の形態の相違及使用法の統一せられざる事を指摘し此點に關し關係各位の精細なる實驗研究討議の必要を論じたり。

因に最近海外にても使用法の適確を期すべく種々論說 (H. B. Henderson, Ceram, Age 22 [4] 98 1933; anon, Tonind. Ztg. 57 1111 1933)

されあるが如し。

本邦に於けるゼーゲル錐製造所は衆知の如く商工省東京工業試験所並に京都市立工業研究所なり。

東試錐の形態 (本年同所ゼーゲル溫度計説明書及同所よりの回答に依る) は大體次の如し。

大 型 錐	底面二等邊三角形 高さ 61mm (二等邊の狹角 64°)	番號面の邊 17mm 他邊 16mm 番號面が底面に垂直
小 型 錐	底面二等邊三角形 高さ 27.7mm (二等邊の狹角 64°)	番號面の邊 7.4mm 他邊 7mm 番號面が底面に垂直。

京研錐の形態 (本年同所よりの回答及實測による) は大體次の如し。

大 型 錐	底面二等邊三角形	番號面の邊 20mm 他邊 19mm
-------	----------	--------------------

※ 第 1~3 報 本誌 vol. 35. 36. 39.
第 4~7 報 工業化學雜誌 vol. 34. 35.

高さ 60mm 二等邊の頂點の稜が底面に垂直。
(二等邊の狹角 65°)

小 型 錐 底面二等邊三角形 番號面の邊 9mm 他邊 8mm
高さ 25mm 二等邊の頂點の稜が底面に垂直。
(二等邊の狹角 70°)

獨逸錐の形態 (DIN 1063 及實測による底面が眞に正三角形なりや否やに就て尙幾分の疑點あることを附記す) は大體次の如し。

大 型 錐 底面正三角形 各邊 16 mm 高さ 60mm
番號面に向へる稜が底面に垂直。
小 型 錐 底面正三角形 各邊 8 mm 高さ 30 mm
番號面に向へる稜が底面に垂直。

本邦 2ヶ所の製造所に於て既に幾分の相違あり世界各國に就て觀れば更に多様なるが如し。

錐の形態並に之が使用法に關しては夫々の國に於て規格により規定さるべきは當然なりと信ず。

本邦に於て未だ錐の形態に關し規定されたるものなく規格としては JES 第 10 號 A 3 に耐火度試験法の規定あり然れども本規格にも使用に際しての錐の立て方、脚深に就て何等の規定を與へず。

抑も 1910 年新制ゼーゲル錐表の制定されたる當時は其形態其使用法が適確に守られ特に規定するの要なかりしならん次來 25 年其間各國にて漸次變化を來し不統一となりたるものと考へらる。使用法に關しても番號面を受臺面と 80° とせよと言ひ 82° と言ひ或は 75° と言ふ依然一稜を直立し使用するあり獨逸規格に之を明確に規定せり。

脚深に就ては一層亂雜否不明なる處多し大型は 10mm、小型は 5mm と言ふあり或は大型は 3~4mm、小型は 2~3mm となすを最善となすあり全く無頓着なる使用者あり又三角錐創始當時の如く殆んど埋めずして使用する者もあり。

此の如く形態に於て使用法に於て相當の差違ある以上其溫度指示上にも自然相違の生ずべきことは想像に難らず、また使用原料製作方法等より來る錐の個性も考ふべき問題なるべく從て各國各製造所にて各々此等の點に就て充分實驗研究を行ひ明確なる指針を與へ進んで規格制定に寄與されたいものなり。

著者等の本報告及次報 (薪材倒焰式窯にて實際釉藥付けの際行ひたる實驗) は此等の點の解決に幾分なりとも資せんが爲行ひたる實驗結果の報告なり。

II. 電 氣 爐

電氣爐はクリプトル抵抗の 30KVA 爐にて第 1 圖に示すが如し。溫度調節は 2V ステップのオートトランスにより行はる。

大型錐に對する試験に電氣爐を使用することは實際的ならざるも溫度を精確に調節し同一實驗を反覆し實驗の精確度を高めんには電氣爐に依るを便となす、茲に於て更に次報の實驗を行ひ實際的方面の結果を求めたる次第なり。

クリプトル電氣爐使用に際して最も留意すべきことは溫度配置の均一なり、本實驗に於て殊に然り實驗中溫度配置不均一となりたる時は爐を分解し新しくクリプトルを充め替へ溫度を上昇して其溫度配置を測定し均一なるを認めたる後實驗を行へり多少の溫度不均一は 2~3 回溫度上昇を反覆することにより均一とならしめ得

III. 試驗維及其立て方

脚深 5mm 加熱速度 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ の実験数値は第 2 表に、

脚深 10mm 加熱速度 1°C/min の實驗數値は第 3 表に、

脚深 5mm 加熱速度 1°C/min の實驗數値は第 4 表に示すが如し。

表中※を附せるは理想的彎曲をなさず前横、横或は後横等と不規則に彎曲して曲觸せるを示し。? 印を附せるは反對に彎曲し爐壁に接せし爲曲觸點を求め得ざりしを示す。

G の SK 11 を買ひ求めざりしを以て比較的之に類似性格を有する K の SK 11 を並立試験せり且又 G の脚深 5mm, 1°C/min の場合 (第 4 表参照) の實驗は G 錐の不足を來し種々努力せるも求め得ざりて爲形態の思はしからざる殘品を使用せり他の 3 つの場合に比し其實驗結果が特に目立ちて思はしからざるは之に起因すと思惟す。

各場合に於て T, K, G, 夫々に就て平均値を求め夫より一般に計算さるる次式により蓋然誤差 (Probable error) を算出せり。

$$P = \pm 0.6745 \sqrt{\frac{\sum(x^2)}{n}}$$

蓋然誤差にて 10~19°C, 20°C, 以上の箇數を各場合に就て摘出すれば第 5 表の如し之を觀るに曲始に於て多く且つ脚深大なる時も多きが如し、本表は各錐の均一性の如何を幾分窺知するに役立たん。

各場合に於て T, K, G, に對する全實驗の平均値を求め之を圖示せば第 3 圖の如し SK 11-E に對する實驗數値は僅少なる嫌あり特に脚深 5mm 5°C/min の場合に於て然り。

實驗結果に就て考察するに

(1) 立て方の影響

同一なる錐 SK 10 にても其の立て方により曲始、曲觸の溫度を異にせり各場合に於て全く同一形の實驗結果を示せり只脚深 5mm, 5°C/min の場合の 80° と 75° との時不規則なれども之も T 及 G の結果に就て觀察せば問題とならず。

今最も明瞭なる差異を示す脚深 10mm, 1°C/min の場合に於て觀るに 75° は最も早く曲觸し SK 9-E と同時なり又 P は最も遅くして殆んど SK 11-E に接近せり。夫々の間の差を觀るに

曲始 E-27°C-P-27°C-80°-17°C-75°

曲觸 E-11°C-P-20°C-80°-15°C-75°

80° と 75° とを比較するに傾斜角僅々 5° の差にて溫度差實に 15°C となることある點は充分考慮すべきなるべく實際現場にて果して 80° 又は 75° と相當の精確度のもとに錐を立つことを要求し得るものなりや否や疑點あり。

E と 80° との溫度差は 20°C を示せり故に時にはゼーゲル錐一番の差あることは頗る注意すべきことなり彎曲に就て考ふるに番號面を受臺面に或角度を有せしめたる立て方にあつては合計 80 回の實驗を通じ 1 つの例外もなく理想彎曲をなせり之は此の立て方の非常なる特長として認むべきなるべし。

E と P との立て方には ※ 印を附したる不規則彎曲相當にあり殊に P 立て方にあつては實驗中先づ稜側に少しく曲り再びもとに歸へり而して面側に彎曲して理想的曲觸をなせるものさへあり。(著者等も之に對する曲始點の判定には苦しみたるも何れも恢復し 0 點となり再び面側に 1/10 彎曲の時を曲始點とせり)。

P に立ちながら全く反對に稜側に彎曲し爐壁に接せるもの 8 回に及べり此點よりすれば番號面も受臺面に垂直に立つことは不規則彎曲を増大し且つ曲觸を最遅ならしむるを以て大に考ふべきことと信ず。

彎曲の不規則は此外製作時の或箇所の歪、形態の整齊ならざる等起因すと考へらる後者は使用に際して厳密なる整選により除き得るも前者は之を識別すること殆んど不可能なり製作に際しての原料混和の均一、形成加壓の均一等機械的條件の頗る重要因子なることを痛感せり。

之を要するに脚深加熱速度等の如何により E P 80° 75° 間の温度差に大小の差は起れども錐の立て方の相違により曲觸即ち指示温度を異にすることは否定し得ざる處なりと信ず。

(2) 脚深の影響

加熱速度同一にして脚深を異にする點に於て考察するに第 1~2 表、第 3~4 表及第 3 圖より明なる如く脚深 10mm の時は脚深 5mm の時に比し曲始、曲觸ともに亦何れの立て方にみると殆んど凡て遅緩せり、即ち指示温度高し P 立て方の如きにあつてはゼーゲル錐一番以上の差を生ぜり (SK11- E にて $5^\circ\text{C}/\text{min}$ の不規則は實驗回数の不足に起因するなるべし)

脚深の相違による影響は頗る大なりと言ふべきなり。

脚深の大小は錐の高さ、底面積の相違を惹起するを以て規格に於ける決定には慎重ならざるべからずと信ず。

(3) 加熱速度の影響

加熱速度に關しては相當に文献あり、オルトン錐に就て行はれたる フェヤーチャイルド氏の研究 (C. O. Fairchild & M. F. Peters, J. Amer. Cer. Soc. 9, 701 1926) はよく引用さる處なり。

著者等の實驗にても各場合とも例外なく加熱速度大なる時は指示温度高し試験錐は SK10 と言ふも 1300°C を適確に示すものは全く無く只脚深 5mm, $1^\circ\text{C}/\text{min}$ の E 及び P 並に脚深 10mm, $1^\circ\text{C}/\text{min}$ の 80° が最も近きのみなり。

ゼーゲル錐列に温度指示をなすとせば加熱速度を附記せざれば不満足の如き感を強くせり在來の研究に徴するにたとへ加熱速度同一なりとも必しも同一指示温度を與へざるが如し。

曲始より曲觸への區間 (軟化區間) に對する加熱速度の影響に就て上述フェヤーチャイルド氏の研究も劃一的なる結果を與へ居らざるも SK 10 に於ては加熱速度大なる時其區間頗る大なり然れども著者等の實驗結果にては第 4 圖に示す如くして何れとも推定を下し得ず本實驗結果は業界に於て同一粘土を SK11 と云ひ SK 9 と言ひまた或發表にて SK x にて熔融する釉藥なりと言ふに對し業界にては之と意見を異にする等に對する原因の幾分かを指摘するものにあらざるやを思はしむ。

VI. 總 括

著者等は 3 ケ所の製造になる SK10 に對し其曲觸指示温度に及す、立て方、脚深、加熱速度の相違による影響に就て實驗し其等の影響の大なることを報告せり。

著者等は實驗の一部を援助されたる當科出身者現秩父セメント會社員小山文雄氏に謹謝す。

(昭和 9-7-13 金澤高工無機工業化學教室) (昭和 9 年 8 月受理)

第 1 表

第 1 表													
		SK9	脚深 10mm SK11	曲始 SK 10			SK 9	加熱速度 5°/min SK11		曲觸 SK 10			
		<i>E</i>	<i>E</i>	<i>E</i>	<i>P</i>	80°	75°	<i>E</i>	<i>E</i>	<i>E</i>	<i>P</i>	80°	75°
T	1	1235C°	—	1275	1265	1265	1255	1285	—	1330	1335	1315	1300
	2	1285	1305	1255	1285	1305	1285	1345	1375	1345	1345	1345	1345
	3	1310	1270	1270	1260	1260	1240	1330	1340	1320	?	1310	1310
	平均	1277	1287	1267	1270	1277	1260	1320	1357	1332	1340	1323	1318
	蓋然誤差	21	12	6	7	14	13	17	12	7	3	10	13

K	4	1250	—	1270	1280	1300	1310	1320	—	1335	1335	1330	1330
	5	1255	1295	1295	1305	1295	1255	1335	1390	1370	1370	1350	1325
	6	1290	1310	1310	1330	1310	1290	1350	1380	1370	1380	1350	1340
	平均	1265	1302	1292	1305	1302	1285	1335	1385	1358	1362	1343	1332
	蓋然誤差	12	5	11	14	4	15	8	3	10	13	6	4
G	7	1275	—	1290	1290	1290	1275	1335	—	1345	1335	1330	1335
	8	1305	—	1305	1340	1285	1275	1340	—	1360※	1365	1350	1340
	9	1250	—	1310	1290	1280	1270	1320※	—	1340	?	1320	1320
	平均	1277	—	1302	1307	1285	1273	1332	—	1348	1350	1333	1332
	蓋然誤差	15	—	6	16	3	2	6	—	6	10	8	6
全 平 均		1273	1295	1287	1294	1288	1273	1329	1371	1346	1352	1333	1327

第 2 表

		脚深 5mm 曲始						加熱速度 5°/min 曲觸					
		SK9	SK11	SK 10			SK9	SK11	SK 10				
		E	E	E	P	80°	75°	E	E	E	P	80°	70°
T	1	1275°C	—	1235	1305	1255	1265	1320	—	1315	?	1295	1315
	2	1235	—	1235	1305	1235	1275	1305	—	1305	?	1305	1305
	3	1275	—	1275	1285	1220	1210	1325	—	1325	1325	1315	1315
	4	1255	—	1245	1290	1265	1255	1300	—	1330	1330	1330	1330
	平均	1260	—	1247	1296	1244	1251	1312	—	1319	1328	1311	1316
	蓋然誤差	11	—	11	7	12	17	7	—	6	2	9	6
K	5	1245	—	1230	1310	1280	1255	1320	—	1340	1350	1320	1320
	9	1270	—	1270	1310	1280	1260	1320	—	1330	1340	1320	1310
	7	1250	1300	1290	1290	1290	1270	1330	1370	1350	1360※	1340	1330
	平均	1255	1300	1280	1303	1283	1262	1323	1370	1340	1350	1327	1320
	蓋然誤差	7	0	6	6	3	4	3	0	6	6	6	6
G	8	1255	—	1295	1285	1255	1265	1305	—	1330	1310	1305	1305
	9	1275	—	1295	1295	1285	1275	1315	—	1325	1330	1325	1305
	10	1250	—	1260	1250	1260	1260	1310	—	1320※	1300※	1320	1310
	平均	1260	—	1283	1277	1267	1267	1310	—	1325	1313	1317	1307
	蓋然誤差	7	—	11	13	9	4	3	—	3	8	6	2
全 平 均		1259	1300	1268	1293	1263	1264	1315	1370	1327	1331	1317	1315

第 3 表

		脚深 10mm 曲始						加熱速度 1°/min 曲觸					
		SK9	SK11	SK 10			SK9	SK11	SK 10				
		E	E	E	P	80°	75°	E	E	E	P	80°	75°
T	1	1227°C	1238	1205	1216	1238	1216	1293	1329	1291	1291	1271	1291
	2	1256	1294	1277	1320	1252	1237	1316※	1344	1341	1360	1332	1296
	3	1169	1283	1224	1292	1214	1189	1282	1326※	1318	1326	1310	1300
	平均	1217	1273	1235	1276	1235	1214	1297	1333	1317	1326	1304	1296
	蓋然誤差	24	17	20	29	11	13	10	5	14	19	17	3
K	—	1196	1284	1250	1274	1250	1219	1283	1330	1308	1320	1308	1282
	—	1189	1255	1222	1278	1260	1254	1274	1336※	1332	1338	1315	1287
	—	1253	1271	1259	1263	1253	1239	1287※	1330	1332	1322	1306	1289
	平均	1213	1270	1244	1272	1254	1237	1282	1332	1321	1327	1310	1286
	蓋然誤差	19	8	11	4	3	10	4	2	7	5	3	2
G	—	1256	—	1300	1300	1267	1267	1292	—	1326※	1326	1304	1304
	—	1278	—	1284	1300	1289	1254	1298	—	1302	1322	1315	1287
	—	1246	—	1266	1287	1262	1254	1279	—	1294※	?	1294	1279
	平均	1260	—	1283	1296	1273	1358	1290	—	1307	1324	1304	1290
	蓋然誤差	9	—	9	4	8	4	5	—	9	1	6	7
全 平 均		1230	1272	1254	1281	1254	1237	1290	1332	1315	1326	1306	1291

第 4 表

		脚深 5mm 曲始						加熱速度 1°/min 曲觸					
		SK6	SK11	SK 10			SK9	SK11	SK 10				
		E	E	E	P	80°	75°	E	E	E	P	80°	75°
T	1	1200°C	1208	1170	1208	1200	1160	1278※	1304※	?	1330※	1300	1250
	2	1210	1200	1200	1212	1190	1216	1266※	1304	1304	1302	1280	1294
	3	1190	1204	1204	1280	1258	1250	1284	1308	1296	?	1296	1298
	平均	1200	1204	1191	1233	1216	1209	1276	1305	1300	1316	1292	1281
		蓋然誤差	6	2	10	22	20	25	5	1	3	9	15
K	4	1240	1270	1256	1256	1254	1250	?	1316	1298	1308※	1278	1284
	5	1250	1272	1220	1270	1250	1240	1276※	1304	1394	1.94	1280	1272
	6	1200	1262	1200	1260	1200	1230	1280	1310	1290	1266※	1284	1284
	7	1200	1200	1200	1254	1234	1232	1266	1312	1286	1294	1270	1278
		平均	1223	1251	1219	1249	1234	1274	1310	1292	1291	1278	1279
		蓋然誤差	15	20	15	19	14	7	4	3	3	10	3
G	8	1230	1230	1280	1280	1266	1258	1276※	1324	1324※	1320	1300	1286
	9	1244	1210	1244	1220	1248	1240	?	1302※	1270※	1264	1282	1260
	10	1234	1240	1234	1240	1244	1210	1264	1308※	1290※	?	1280	1260
	11	1223	1237	1283	1273	1257	1223	1267	1313	1303	?	1283	1269
		12	1243	1276	1237	1247	1263	1277※	1321	1275※	1237	1277	1289
		平均	1233	1245	1256	1252	1256	1271	1314	1293	1290	1284	1273
		蓋然誤差	6	16	14	15	6	14	4	5	13	15	8
全 平 均		1231	1237	1227	1246	1239	1230	1273	1311	1294	1296	1284	1277

第 5 表

	T				K				G		
	曲 始		曲 觸		曲 始		曲 觸		曲 始		曲 觸
	10~ 19°C	20° 以上	10~ 19°		10~ 19°	20° 以上	10~ 19°		10~ 19°	20° 以上	10~ 19°
脚深 10mm 5°/min	3	1	4		4	0	2		2	0	1
脚深 10mm 5°/min	4	0	0		0	0	0		2	0	0
脚深 10mm 1°/min	3	3	4		3	0	0		0	0	0
脚深 5mm 1°/min	1	3	1		4	1	1		4	0	2
計	11	7	9		11	1	3		8	0	3

第 1 圖

第 2 圖

第 3 圖

第 4 圖